

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-188152

(43) 公開日 平成7年(1995)7月25日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C 271/22		9451-4H		
A 6 1 K 7/00	C			
9/30				
47/18	D			
// A 6 1 K 7/16				

審査請求 未請求 請求項の数15 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-271476

(22) 出願日 平成6年(1994)11月4日

(31) 優先権主張番号 9 3 1 3 1 8 8

(32) 優先日 1993年11月5日

(33) 優先権主張国 フランス (F R)

(71) 出願人 592163240

ロレアル

フランス国、75008・パリ、リュ・ロイアル、14

(72) 発明者 フィリップ・ミシエル

フランス国、91320・ヴィス、リュ・ピエール・エ・マリー・キュリー、34

(72) 発明者 ボルデイエ・テイエリー

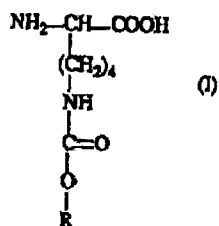
フランス国、93190・リヴリイ・ガルガン、レシダンス・ジャン・モネ、7

(74) 代理人 弁理士 八木田 茂 (外1名)

(54) 【発明の名称】 新規リシン誘導体、その製造方法及びそれを含有する化粧品、医薬、衛生品又は食品組成物

(57) 【要約】

【構成】 N⁺-アルコキシカルボニル基又はN⁺-アルケニルオキシカルボニル基を有するリシン誘導体であって、次の式(I):



の圧縮固化を促進し、特に化粧品組成物に対して優れた延展性、皮膚付着性及び光散乱性並びに心地好く且つ滑らかな感触を付与する。

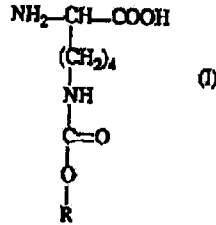
【式中、Rは直鎖又は分岐鎖 (C₁₃~C₂₄) アルキル基 (但し、C₁₆ アルキル基は分岐鎖アルキル基である)、又は直鎖又は分岐鎖 (C₈~C₂₄) アルケニル基を表わす】で示されるリシン誘導体並びにその塩及びそのD-もしくはL-立体配置の光学異性体又はこれらの混合物、並びにその製造方法及びそれを含有する化粧品組成物、医薬組成物、衛生品組成物又は食品組成物。

【効果】 本発明の化合物は化粧品組成物、医薬組成物、衛生品組成物及び食品組成物の基剤又は支持体粒子

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 N^{\pm} -アルコキシカルボニル基又は N^{\pm} -アルケニルオキシカルボニル基を有するリシン誘導体であって、次の式(I):



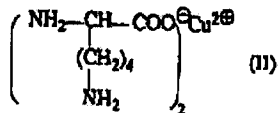
〔式中、Rは直鎖又は分岐鎖 ($C_{12} \sim C_{24}$) アルキル基 (但し、 C_{16} アルキル基は分岐鎖アルキル基である)、又は直鎖又は分岐鎖 ($C_8 \sim C_{24}$) アルケニル基を表わす〕で示されるリシン誘導体並びにその塩及びそのD-もしくはL-立体配置の光学異性体又はこれらの混合物。

【請求項2】 前記の塩が無機カチオン又は有機カチオンの塩である請求項1記載のリシン誘導体。

【請求項3】 N^{\pm} -2-ヘキシルデシルオキシカルボニル-L-リシン、 M^{\pm} -2-デシルテトラデシルオキシカルボニル-L-リシン及び N^{\pm} -テトラデシルオキシカルボニル-L-リシンからなる群から選択されるものである請求項1及び2のいずれかに記載のリシン誘導体。

【請求項4】 250℃よりも高い融点をもち且つ10nm～500μmの粒径、好ましくは0.1～25μmの粒径をもつものである前記請求項のいずれか1項に記載のリシン誘導体。

【請求項5】 既知の立体配置をもつリシン又はその塩と、銅塩溶液とを水性溶媒中で塩基性pHで反応させ、次いでこのようにして得られた次式(II):



で示される銅錯化合物の溶液を次式(III):



〔式中、Rは請求項1に記載の意義を有し、Xは塩素原子、クロロメチル基及びイミダゾリル基からなる群から選択されるものである〕で示される化合物と反応させ

〔但し、前記の式(III)で示される化合物は溶媒なしで添加されるものとする〕、次いでこのようにして得られた N^{\pm} -置換リシンの銅塩を脱錯化剤で処理し、さらに所望ならば得られた化合物を精製することからなることを特徴とする、請求項1項記載の式(I)で示されるリシン誘導体の製造方法。

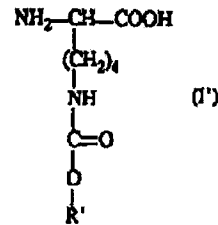
【請求項6】 前記の銅塩溶液が硫酸銅溶液である請求項5記載の製造方法。

【請求項7】 前記の脱錯化剤がエチレンジアミン四酢

2

酸のジナトリウム塩の水溶液である請求項5又は6に記載の製造方法。

【請求項8】 次の式(I'):



〔式中、R'は直鎖又は分岐鎖 ($C_8 \sim C_{24}$) アルキル基又はアルケニル基を表わす〕で示されるリシン誘導体並びにその塩及びそのD-もしくはL-立体配置の光学異性体又はこれらの混合物を含有することを特徴とする、化粧品、医薬、衛生品又は食品組成物。

【請求項9】 前記の式(I')で示されるリシン誘導体が N^{\pm} -2-エチルヘキシルオキシカルボニル-L-リシン、 N^{\pm} -2-デシルオキシカルボニル-L-リシン、 N^{\pm} -2-ヘキサデシルオキシカルボニル-L-リシン、 N^{\pm} -2-デシルオキシカルボニル-L-リシン、 N^{\pm} -2-ブチルオクチルオキシカルボニル-L-リシン、 N^{\pm} -2-ヘキシルデシルオキシカルボニル-L-リシン、 N^{\pm} -2-デシルテトラデシルオキシカルボニル-L-リシン及び N^{\pm} -テトラデシルオキシカルボニル-L-リシンからなる群から選択されるものである請求項8記載の組成物。

【請求項10】 前記リシン誘導体が組成物の全重量に対して0.05%～80重量%の割合で存在する請求項8又は9に記載の組成物。

【請求項11】 前記リシン誘導体が組成物の全重量に対して1%～30重量%の割合で存在する請求項8又は9に記載の組成物。

【請求項12】 追加分として界面活性剤、脂肪質物質、有機溶媒、シリコーン類、増粘剤、エモリエント剤、太陽光遮断剤、処理剤、消泡剤、加湿剤、芳香剤、防腐剤、酸化防止剤、金属封鎖剤、風味剤、塩基性化剤、酸性化剤、充填剤及び無機又は有機粉末からなる群から選択される添加剤の少なくとも1種を含有する請求項8～11のいずれか1項に記載の組成物。

【請求項13】 請求項8又は9に記載の式(I')で示されるリシン誘導体を基剤粒子又は支持体粒子の被覆用の物質として使用する方法。

【請求項14】 前記の基剤粒子又は支持体粒子が、着色されていてもよい不溶性充填剤である請求項13記載の使用法。

【請求項15】 前記充填剤が、亜鉛、鉄、チタン、マンガン、セリウム及び/又はジルコニウムの酸化物並びにこれらのナノ(nano)顔料、あるいはナイロン粉末、ポリエチレン粉末、雲母粉末又はタルク粉末から選択されるものである請求項14記載の使用法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はN^ε-アルコキシカルボニル基又はN^ε-アルケニルオキシカルボニル基を有する新規リシン誘導体、その製造方法及びその使用方法、特に化粧料組成物、医薬組成物、衛生品組成物又は食品組成物において圧縮固化(compact)を促進することを可能にする薬剤としての使用方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】欧州特許第139,481号明細書には、化粧料組成物であって、無機化合物の分散性を高めることを目的に該無機化合物の表面を改質するための薬剤として、塩基性アミノ酸のN-モノアシル化誘導体（その脂肪酸アシル基は炭素原子を8~22個有するものである）か又は塩基性アミノ酸のN, N-ジアシル化誘導体（その2個の脂肪酸アシル基は同一であるか又は異なりそれぞれ炭素原子を8~22個有するものである）を使用する化粧料組成物が記載されている。

【0003】また、欧州特許第336,265号明細書には、整髪用化粧料組成物であって、塩基性アミノ酸のN-モノアシル化誘導体（その脂肪酸アシル基は炭素原子を8~22個有するものである）を界面活性剤として含有してなる整髪用化粧料組成物が記載されている。

【0004】しかしながら、前記の塩基性アミノ酸のアシル化誘導体は圧縮固化(compact)ことが非常に困難であり、しかも不可能でさえある。

【0005】現在、ある種の化粧料組成物、医薬組成物及び衛生品組成物がいわゆる“コンパクト(compact)すなわち圧縮粉末”の形状で提供されることは知られている。これらの組成物は、主として固体粒子と脂肪質結合剤（油類又は油類とロウ類の混合物）とからなる無水組成物であり、しかも圧縮固化によるか又は型として機能する容器に注入することによって付形される。

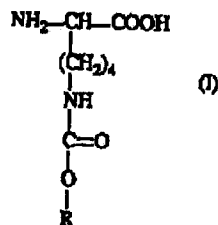
【0006】しかしながら、最終製品が十分に均質でなければならず、しかも良好な被除去性(ability to be removed)を有し、さらに特に衝撃によって生じ得る破砕を避ける良好な性質を有すべく圧縮されねばならないという理由から、かかる組成物の開発には多数の困難が持ち上がる。

【0007】

【課題を解決するための手段、作用及び効果】今般、意外にも、N^ε-アルコキシカルボニル基又はN^ε-アルケニルオキシカルボニル基を有する新規な一群のリシン誘導体が、前記の対応する従来のN-アシル化誘導体とは著しく異なって、前記の要件を満たし且つ前記組成物の製造を容易にするばかりでなく、該リシン誘導体を含有する化粧料組成物に対して特に都合のよい延展性、皮膚付着性及び光散乱性並び心地好く且つ滑らかな感触を付与することを可能にすることを認めた。

【0008】従って、本発明の要旨によれば、N^ε-アル

コキシカルボニル基又はN^ε-アルケニルオキシカルボニル基を有するリシン誘導体であって、次の式(I)：



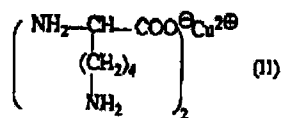
〔式中、Rは直鎖又は分岐鎖(C₁₃~C₂₄)アルキル基（但し、C₁₆アルキル基は分岐鎖アルキル基である）、又は直鎖又は分岐鎖(C₈~C₂₄)アルケニル基を表わす〕で示されるリシン誘導体並びにその塩及びそのD-もしくはL-立体配置の光学異性体又はこれらの混合物が提供される。

【0009】前記の式(I)で示されるリシン誘導体の塩の中から、1価の無機カチオンの塩例えばナトリウム塩あるいは2価の無機カチオンの塩例えば亜鉛塩又は銅塩、並びに有機カチオンの塩、例えばアミノプロパンジオール塩、トリスヒドロキシアミノメタン塩、グルカミン塩及びN-メチルグルカミン塩を挙げ得る。

【0010】前記の式(I)で示されるリシン誘導体の中から、特にN^ε-2-ヘキシルデシルオキシカルボニル-L-リシン、N^ε-2-デシルテトラデシルオキシカルボニル-L-リシン及びN^ε-テトラデシルオキシカルボニル-L-リシンを挙げ得る。

【0011】本発明の化合物は10nm~500μm、好ましくは0.1~25μmの粒径をもつ固体の形状で提供される。本発明の化合物は油類及びpH5~8の水溶液の両方にほとんど溶解性をもたない。本発明の化合物は高融点すなわち250℃よりも高い融点と、高い光反射性と、優れた皮膚付着性とを有する。

【0012】本発明の別の要旨によれば前記の式(I)で示されるリシン誘導体の製造方法が提供される。この製造方法は、既知の立体配置をもつリシン又はその塩と、銅塩溶液とを水性溶媒中で塩基性pHで反応させ、次いでこのようにして得られた次式(II)：



で示される銅錯化合物の溶液を次式(III)：



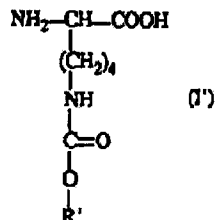
〔式中、Rは請求項1に記載の意義を有し、Xは塩素原子、クロロメチル基及びイミダゾリル基からなる群から選択されるものである〕で示される化合物と反応させ

〔但し、前記の式(III)で示される化合物は溶媒なしで添加されるものとする〕、次いでこのようにして得られ

たN-置換リシンの銅塩を脱錯化剤で処理し、さらに所望ならば得られた化合物を精製することからなる。

【0013】本発明の製造方法で使用する前記の銅塩溶液の中から、特に硫酸銅溶液を挙げ得る。前記の反応溶液の塩基性pHは8~14であることが好ましい。本発明の前記の式(I)で示されるリシン誘導体の製造方法の好ましい態様によれば、使用する脱錯化剤はエチレンジアミン四酢酸のジナトリウム塩の水溶液である。

【0014】本発明の別の要旨によれば、次の式(I'):



〔式中、R'は直鎖又は分岐鎖(C₈~C₂₄)アルキル基又はアルケニル基を表わす〕で示されるリシン誘導体並びにその塩及びそのD-もしくはL-立体配置の光学異性体又はこれらの混合物を含有してなる化粧料組成物、医薬組成物、衛生品組成物又は食品組成物が提供される。

【0015】前記の式(I')で示されるリシン誘導体の中から、特にN^ε-2-エチルヘキシルオキシカルボニル-L-リシン、N^ε-2-デシルオキシカルボニル-L-リシン、N^ε-2-ヘキサデシルオキシカルボニル-L-リシン、N^ε-2-デシルオキシカルボニル-L-リシン、N^ε-2-ブチルオキシカルボニル-L-リシン、N^ε-2-ヘキシルデシルオキシカルボニル-L-リシン、N^ε-2-デシルテトラデシルオキシカルボニル-L-リシン及びN^ε-テトラデシルオキシカルボニル-L-リシンを挙げ得る。

【0016】前記の式(I')で示されるリシン誘導体のうちのいくつかは公知であり、それらは米国特許第3,541,135号明細書にアレルギー及び炎症の治療における活性化合物の中間体として記載されている。

【0017】本発明の前記組成物中の前記の式(I')で示されるリシン誘導体の割合は、組成物の全重量に対して0.05~80重量%であるのが好ましく、特に1~30重量%であるのが好ましい。

【0018】もちろん、本発明のリシン誘導体は、本発明の組成物中に遊離の形態で又は以下に記載のようにして該誘導体が被覆する基剤又は支持体(substrate)粒子と組合わせた形態で存在させ得る。

【0019】本発明の組成物は種々の形態で、例えば分散物、増粘化又はゲル化されていてもよいローション、“圧縮され(compact)”ていてもよい粉末、乳液、クリーム、スティック(棒状物)あるいはまた該組成物をエアゾールとして充填したフォーム又はスプレーの形態で提供し得る。

【0020】本発明の組成物は特に水中油型エマルジョン、油中水型エマルジョン、小胞物分散物(vesicular d

ispersion)あるいはまた固体分散物であり得る。

【0021】本発明の組成物は特に化粧用メイクアップ組成物、例えばファンデーションクリーム、淡彩クリーム、マスカラ、頬紅、アイシャドー、棒状口紅、マニキュア液及び化粧落とし(exfoliative)組成物の形態で提供し得る。

【0022】本発明の組成物の具体的態様によれば、後者はいわゆる“コンパクト”の形態で提供される。前記の一般式(I')の化合物は前記組成物の各種成分の圧縮固形化を促進する。

【0023】これらのいわゆるコンパクト組成物の中から、ファンデーションクリーム、頬紅、アイシャドー、棒状口紅を特に挙げ得る。

【0024】また、本発明の組成物は医薬組成物又は衛生品組成物、例えば練り歯磨、全身又は赤ん坊用の白粉、防汗(anti-perspirant)白粉であり得る。

【0025】本発明の組成物は、前記の式(I')で示されるリシン誘導体の他に追加成分として界面活性剤、脂質物質、有機溶媒、シリコーン類、増粘剤、エモリエント剤、太陽光線遮断剤、処理剤、消泡剤、加湿剤(moisturizing agent)、芳香剤、防腐剤、酸化防止剤、金属封鎖剤、風味剤(flavouring agent)、塩基性化剤、酸性化剤、充填剤及び無機又は有機粉末からなる群から選択される添加剤の少なくとも1種を含有し得る。

【0026】エマルジョンの形態で提供される本発明の組成物に使用し得る界面活性剤の中から、慣用の界面活性剤(それらは陰イオン性、陽イオン性、非イオン性又は両性のものである)又は該界面活性剤の混合物を挙げ得る。

【0027】本発明の組成物に使用し得る前記の脂質物質の中から、油類、ロウ類、脂肪酸類、脂肪アルコール類又は該脂質物質の混合物を挙げ得る。

【0028】前記の油類は動物起源、植物起源、無機物起源又は合成物起源のものであり得る。特に、バーム油、水添ひまし油、液状パラフィン及びpurcellin油を挙げ得る。

【0029】前記のロウ類は動物起源、植物起源、無機物起源又は合成物起源のものであり得る。特に、蜜ロウ、モンタンロウ、カルナウバロウ、キャンデリラロウ、サトウキビロウ(sugar cane wax)、モクロウ、オゾケライトすなわち地ロウ、微晶ロウ、パラフィンロウ、ラノリンロウ、還元ラノリンロウ及びアセチル化ラノリンロウを挙げ得る。

【0030】本発明の組成物に使用し得る充填剤の中から、特に、着色されていてもよい不溶性充填剤、例えば顔料例えば金属酸化物、例えばチタン、亜鉛、鉄、チタン、マンガ、セリウム及び/又はジルコニウムの酸化物及びこれらのナノ(nano)顔料、あるいはナイロン粉末、ポリエチレン粉末、雲母粉末又はタルク粉末を挙げ得る。

【0031】本発明のさらに別の要旨によれば、基剤粒子又は支持体粒子の被覆用の物質であって該粒子に対してよりよい性質を付与すること可能にする、特にその圧縮性を増大すること及び該粒子を含有する化粧料組成物の感触を向上させることを可能にする物質として前記の式(I')で示されるリシン誘導体を使用する方法が提供される。

【0032】このように被覆され得る粒子の中から、特に、顔料及び前記のような粒状充填剤及び微小球例えば Casco Nobel社から“Expance 551 DE 20”及び“Expance 551 DE”という商品名で販売されている塩化ビニリデン/アクリロニトリル・共重合体の中空微小球を挙げ得る。

【0033】

【実施例】N^ε-アルコキシ又はN^ε-アルケニルオキシカルボニル基を含有するリシン誘導体の製造実施例及び該誘導体を含有する種々の組成物の実施例を、説明のため以下に示す。

【0034】製造実施例

実施例1：N^ε-ドデシルオキシカルボニル-L-リシンの製造

温度計と50mlの滴下漏斗とを備えた容量 250mlの三ツ首フラスコ中で15g (82.1ミリモル) のL-リシン・塩酸塩を室温で66mlの水酸化ナトリウムの10%の水溶液に溶解させた。次いで前もって30mlの水に溶解した10.2 g (41. *

元素分析 C₁₉H₃₈N₂O₄ ; MW (分子量) = 358.526

	C %	H %	N %	O %
計算値	63.65	10.68	7.81	17.85
実測値	63.43	10.65	8.05	17.88

銅の存在：695ppm

Coulter カウンターTA IIを用いて測定した粒度：平均寸法(個数)=2.23 μm

標準偏差=1.36 μm

【0036】実施例2：N^ε-ヘキサデシルオキシカルボニル-L-リシンの製造

実施例1に記載したのと同じ方法により、白色粉末の形※

元素分析 C₂₃H₄₆N₂O₄ ; MW=414.634

	C %	H %	N %	O %
計算値	66.56	11.09	6.75	15.43
実測値	66.70	11.07	6.58	15.18

銅の存在：0.45%

Coulter カウンターTAIIを用いて測定した粒度：平均寸法(個数)=4.58 μm

標準偏差=5.62 μm

【0037】実施例3：N^ε-2-エチルヘキシルオキシカルボニル-L-リシンの製造

実施例1に記載したのと同じ方法により、白色粉末の形で存在する8.4gのN^ε-2-エチルヘキシルオキシカルボニル-L-リシン(収率34%)が14.8g (82.1ミリモル)の2-エチルヘキシルクロロホルメートを用いて得られた。

*06ミリモル)の硫酸銅五水和物を添加した。均質化後に、反応媒質を5℃の温度に冷却した。次いで8.2g (82.1ミリモル)の炭酸水素ナトリウムを添加し、次いで19.3g (82.1ミリモル)のドデシルクロロホルメートを滴加した。室温で一晩放置した後に反応媒質を濾過し、かくして得られた青色の沈澱物を水洗し次いで五酸化リン上で乾燥させた。次いで青色の銅錯体形の粗製物をエチレンジアミン四酢酸の二水和二ナトリウム塩(120ミリモル)の10%水溶液で還流温度で4時間処理し、該混合物を冷却し、沈澱物を濾取し、水で洗浄し、アセトンで洗浄し次いで乾燥させた。次いでこの処理を白色生成物が得られるまで反復した。かくして74%の収率で白色粉末の形で存在する21.8gのN^ε-ドデシルオキシカルボニル-L-リシンが得られた。

【0035】分析値：

融点：> 260℃ (Kofler法)

質量スペクトル：(TSQ 70 CI-DCI)：m/z：359 (M+H)⁺、315 (M-CO₂+H)⁺、169 (C₁₂H₂₅)⁺

NMRスペクトルはBruker WM250上で記録した

¹H NMR (CD₃COOD)：

4.12ppm (3H, m, CH₂-12及びCH-188)；

3.22ppm (2H, t, CH₂-14)；

1.26~1.67ppm (26H, m, CH₂-2~11及び15~17)；

0.95ppm (3H, t, CH₃-1)

30%で存在するN^ε-ヘキサデシルオキシカルボニル-L-リシン(収率85.5%)29.1gがヘキサデシルクロロホルメート25g (82.1ミリモル)を用いて得られた。◎

分析値：

融点：> 260℃ (Kofler法)

質量スペクトル：(TSQ 70 CI-DCI)：m/z：415 (MH)⁺、367.2、279.1、225.1

分析値：融点：> 260℃ (Kofler法)

NMRスペクトルはBruker WM250上で記録した

¹H NMR (CD₃COOD)：

4.07~4.15ppm (3H, t+m, CH₂-8及びCH-14)；

3.23ppm (2H, t, CH₂-10)；

1.98~2.1 ppm (2H, m, CH₂-13)；

1.38~1.61ppm (13H, m, CH₂-2~4及び6, 11, 12及びCH-5)；

0.97ppm (6H, 2t, CH₃-1及び7)

9

10

元素分析 $C_{15}H_{30}N_2O_4$; MW=302.417

	C %	H %	N %	O %
計算値	59.58	10.00	9.26	21.16
実測値	58.83	10.06	9.13	21.65

銅の存在 : 100ppm

Coulter カウンター-TAIIを用いて測定した粒度 : 平均寸法 (個数) ; $2.57\mu m$ 標準偏差= $1.86\mu m$ 【0038】実施例4 : N^{ϵ} -デシルオキシカルボニル-L-リシンの製造実施例1に記載したのと同じ方法により、白色粉末の形で存在する N^{ϵ} -デシルオキシカルボニル-L-リシンが、アルキルクロロホルメートとしてデシルクロロホルメートを用いて得られた。

分析値 :

融点 : $244.9^{\circ}C$ (DSC Mettler法)

*

元素分析 $C_{17}H_{34}N_2O_4$; MW=330.5

	C %	H %	N %	O %
計算値	61.72	10.29	8.47	19.36
実測値	61.97	10.50	8.41	19.43

銅の存在 : 340ppm

水/エタノール (1 : 1) 混合物中で 0.4% で Leeds & Worthrup 型式マイクロトラック X 100 を用いて光散乱法により測定した粒度 : 平均寸法 (個数) ; $0.69\mu m$ 。【0039】実施例5 : N^{ϵ} -2-ブチルオクチルオキシカルボニル-L-リシンの製造実施例1に記載したのと同じ方法により、白色粉末の形で存在する N^{ϵ} -2-ブチルオクチルオキシカルボニル-L-リシンがアルキルクロロホルメートとして2-ブチルオクチルクロロホルメートを用いて得られた。

分析値 :

融点 : $> 260^{\circ}C$ (Baukoffler法)

30

※

元素分析 $C_{19}H_{38}N_2O_4$; MW=358.526

	C %	H %	N %	O %
計算値	63.65	10.68	7.81	17.85
実測値	63.78	10.69	7.75	18.14

銅の存在 : 60ppm

水/エタノール (1 : 1) 混合物中で 0.4 % で Leeds & Worthrup 型式 Microtrac X 100 を用いて光散乱法により測定した粒度 : 平均寸法 (個数) ; $1.66\mu m$ 。【0040】実施例6 : 亜鉛 N^{ϵ} -ドデシルオキシカルボニル-L-リシネートの製造実施例1で得られた 5 g (13.9ミリモル) の N^{ϵ} -ドデシルオキシカルボニル-L-リシンを 250ml のピーカー中で $70^{\circ}C$ で 5.6ml の水酸化ナトリウム 10% 水溶液及び 50ml の

40

*質量スペクトル : (SSQ 710 CI-DI) : m/z : 331 (MH)⁺

NMRスペクトルはBruker AMX5上で記録した

¹H NMR (CD_3COOD) :

4.17ppm	(2H, t, CH_2-10) ;
4.10ppm	(1H, m, $CH-16$) ;
3.25ppm	(2H, t, CH_2-12) ;
2.06ppm	(2H, m, CH_2-15) ;
1.70ppm	(2H, m, CH_2-9) ;
1.64ppm	(2H, m, CH_2-13) ;
1.40ppm	(16H, m, $CH_2-2 \sim 8$ 及び γ 14) ;
0.970ppm	(3H, t, CH_3-1)

*質量スペクトル : (SSQ 710 CI-DI) : m/z : 359 (MH)⁺

NMRスペクトルはBruker AMX500 により記録した

¹H NMR (d_6 -DMSO- CD_3COOD) ;

3.81ppm	(2H, d, CH_2-12) ;
3.52ppm	(1H, dd, $CH-18$) ;
2.94ppm	(2H, t, CH_2-14) ;
1.66~1.77ppm	(2H, 2m, CH_2-17) ;
1.51ppm	(1H, m, $CH-7$) ;
1.21~1.40ppm	(20H, m, $CH_2-2 \sim 6$ 、 $8 \sim 10$ 及び γ 1
5, 16) ;	
0.82ppm	(6H, 2t, CH_3-1 及び γ 11)

水に溶解させた。次いで前もって10mlの水に溶かした 2 g の硫酸亜鉛七水和物を滴加した。反応混合物を濾過し、かくして得られた白色沈澱物を水洗し、次いで乾燥させた。かくして白色粉末の形で存在する 5.2 g の亜鉛 N^{ϵ} -ドデシルオキシカルボニル-L-リシネートが96%の収率で得られた。

分析値 :

融点 : $> 260^{\circ}C$ (Baukoffler法)元素分析値 : $2 C_{19}H_{37}N_2O_4 \cdot Zn$; MW=780.405

	C %	H %	N %	O %	Zn %
計算値	58.49	9.56	7.18	16.4	8.38
計算値 (+ 1.2モル H_2O)	56.85	9.52	6.98	18.35	8.15

11	12
実測値	56.88 9.25 7.09 18.91 8.00
水/エタノール(1/1)混合物中で 0.4%でLeeds & Worth rup型式マイクロトラック X 100を用いて光散乱法によ り測定した粒度:平均寸法(個数);0.85 μ m。	* 実施例 I : 緻密な粉末 次の成分を混合することにより成分相A及びBを別個に 製造した:

【0041】組成物の実施例

*

成分相A:

タルク	36.7 g
オキシ塩化ビスマス	10 g
ステアリン酸亜鉛	4 g
N ⁺ -ドデシルオキシカルボニル-L-リシン	20 g
Atochem 社により "Orgasal 2082 D Nat Extra Cos" の名 称で市販されるナイロン12	20 g
香 料	1.6 g
Casco Nobel 社により "Expancel 551 DE 20" の名称で市 販される中空微小球	0.1 g
BASF社により "Sicomet Yellow 10" の名称で市販さ れる黄色酸化鉄	0.6 g
BASF社により "Sicomet Brown ZP 3569" の名称で市 販される褐色酸化鉄と黄色酸化鉄との混合物	0.8 g
BASF社により "Sicomet Black 85" の名称で市販され る黒色酸化鉄	0.2 g

成分相B:

流動パラフィン	6 g
---------	-----

【0042】成分相Aの成分全てを5分間温和に粉碎し
次いで成分相Bを添加した。該混合物を次いで2分間温
和に粉碎し次いで3分間激しく粉碎した。得られた組成
物を0.160mmの篩を用いて篩分し、得られた製剤を小皿
に分割し次いで60バールの圧力で緻密化した。かくして

得られた緻密な粉末は満足な硬度を有し、衝撃に対して
高度に耐性である。該粉末は容易に碎解されしかも皮膚
上に容易に延展されて高度に満足な接着性を示す。

【0043】実施例II:口紅棒

次の成分を混合した:

ジョジョバ油	11.65 g
ゴマ油	11.31 g
Jan Dekker社により "Antracine 8" の名称で市販される ジ-第4級ブチル-4-ヒドロキシトルエン	0.07 g
Westbrook 社により "Lanesta SLPV" の名称で市販される 安定化したイソプロピルラノレート	12.48 g
Chimex社により "Mexanyl GQ" の名称で市販される 2-エチルヘキシルグリセリルベヘネート	11.31 g
Amoco Chemical社により "Indopol H300" の名称で市販さ れるポリブチレン	12.48 g

該混合物を60~70℃の温度で1時間水浴上で加熱し、次いで次の成分の混合物
を添加した:

Wackherr社により "DC Red 7 W005" の名称で市販される コロホニー上のリソールレッドBのカルシウムレーキ	2.1 g
Clark Color 社により "FDC Yellow 6 Al Lake BC-6508" の名称で市販されるアルミナ上のプリリアントイエロー FCFのアルミニウムレーキ	7.32 g
黄色の酸化鉄	0.2 g
BASF社により "Sicomet Brown ZP 3569" の名称で市 販される褐色酸化鉄と黄色酸化鉄との混合物	1.35 g
Sachtleben社により "Hombitan R 301" の名称で市販され る未加工のルチル型酸化チタン	0.649 g

13

14

【0044】かくして得られた混合物をディスコンチミ
ル(Discontimil) 粉砕機を用いて粉砕し、次の成分の混*

蜜ロウ	3.18 g
Bareco社により“Polywax 500”の名称で市販される ポリエチレンワックス	12.74 g
Henkel社により“Propoxyol 1695”の名称で市販される オキシプロピレン化ラノリンワックス	12.86 g

該混合物を 100℃で1時間加熱した後に、均質な混合物
が得られこれに 0.3 gの香料を添加した。混合物の温度
が大体60℃に再び降下した時に2 gのN⁺-ドデシルオキ

※化しており良好な耐衝撃性を有した。口紅棒は唇に容易
に塗布され、なめらかで良好な保持力を有する。
【0045】実施例III：化粧落しクリーム

シカルボニル-L-リシンを添加し、該混合物を成形型に
次成分を混合した：
そのいだ。かくして得られた口紅棒は同時に均質で緻密※

ICI Surfactants 社により“Span 60”の名称で市販 されるソルピタンモノステアレート	6 g
Chimex社により“Chimexane NB”の名称で市販される ポリグリセロール化オレイルアルコール	4 g
アラントイン	0.2 g
D-パンテノール	0.8 g
水	78.98 g

該混合物を80℃に加熱した後に、10 gのN⁺-ドデシルオ
キシカルボニル-L-リシンをモリッツ(Moritz)攪拌機を
用いて攪拌しながら添加し、次いで該混合物を均質化し
た。該混合物の温度が再び大体40℃に降下した時に、Ro
hm-Haas 社により“KathonCG”の名称で市販される防

腐剤0.02 gを添加した。かくして得られたクリームは皮
膚に容易に塗布されしかもきわめてなめらかであった。

【0046】実施例IV：口紅棒

実施例IIに記載したのと同じ方法により、次の成分から
口紅棒を製造した：

ジョジョバ油	11.65 g
ゴマ油	11.31 g
Jan Dekker社により“Antracine 8”の名称で市販される ジ-第4級ブチル-4-ヒドロキシトルエン	0.07 g
Westbrook 社により“Lanesta SLPV”の名称で市販される 安定化したイソプロピルラノレート	12.48 g
Chimex社により“Mexanyl GQ”の名称で市販される 2-エチルヘキシルグリセリルベヘネート	11.31 g
Amoco Chemical社により“Indopol H300”の名称で市販さ れるポリブチレン	12.48 g
Wackherr社により“DC Red 7 W005”の名称で市販される コロホニー上のリソールレッドBのカルシウムレーキ	2.1 g
Clark Color 社により“FDC Yellow 6 Al Lake BC-6508” の名称で市販されるアルミナ上のブリリアントイエロー FCFのアルミニウムレーキ	7.32 g
黄色の酸化鉄	0.2 g
BASF社により“Sicomet Brown ZP 3569”の名称で市 販される褐色酸化鉄と黄色酸化鉄との混合物	1.35 g
Sachtleben社により“Hombitan R 301”の名称で市販され る未加工のルチル型酸化チタン	0.649 g
蜜ロウ	3.18 g
Bareco社により“Polywax 500”の名称で市販される ポリエチレンワックス	12.74 g
Henkel社により“Propoxyol 1695”の名称で市販される オキシプロピレン化ラノリンワックス	12.86 g
N ⁺ -ブチルオクチルオキシカルボニル-L-リシン	2.0 g

15

16

【0047】かくして得られた口紅棒は同時に均質で緻密化しており、良好な耐衝撃性を有する。この口紅棒は唇に容易に塗布され、なめらかで良好な保持力を有した。

*

*【0048】実施例V：口紅棒
実施例IIに記載したのと同じ方法により、次の成分から口紅棒を製造した：

ジョジョバ油	11.65 g
ゴマ油	11.31 g
Jan Dekker社により“Antracine 8”の名称で市販されるジ-第4級ブチル-4-ヒドロキシトルエン	0.07 g
Westbrook社により“Lanesta SLPV”の名称で市販される安定化したイソプロピルラノレート	12.48 g
Chimex社により“Mexanyl GQ”の名称で市販される2-エチルヘキシルグリセリルベヘネート	11.31 g
Amoco Chemical社により“Indopol H300”の名称で市販されるポリブチレン	12.48 g
Wackherr社により“DC Red 7 W005”の名称で市販されるコロホニー上のリソールレッドBのカルシウムレーキ	2.1 g
Clark Color社により“FDC Yellow 6 Al Lake BC-6508”の名称で市販されるアルミナ上のブリリアントイエローFCFのアルミニウムレーキ	7.32 g
黄色酸化鉄	0.2 g
BASF社により“Sicomet Brown ZP 3569”の名称で市販される褐色酸化鉄と黄色酸化鉄との混合物	1.35 g
Sachtleben社により“Hombitan R 301”の名称で市販される未加工のルチル型酸化チタン	0.649 g
蜜ロウ	3.18 g
Bareco社により“Polywax 500”の名称で市販されるポリエチレンワックス	12.74 g
Henkel社により“Propoxyol 1695”の名称で市販されるオキシプロピレン化ラノリンワックス	12.86 g
亜鉛N-ドデシルオキシカルボニル-L-リシネート	2.0 g

【0049】かくして得られた口紅棒は同時に均質で緻密であり、良好な耐衝撃性を有した。この口紅棒は唇に

容易に塗布されしかもなめらかで良好な保持力を有した。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 6 1 K 7/32